

# RESIN FOAM AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

**Publication number:** JP2002144363 (A)

**Publication date:** 2002-05-21

**Inventor(s):** SAITO HIROSHI; NARISHIMA DAISUKE; KAWAHIGASHI HIROYUKI; KANAI TOSHITAKA

**Applicant(s):** IDEMITSU PETROCHEMICAL CO

**Classification:**

- **international:** C08J9/12; B29C44/00; C08J9/00; B29C44/00; (IPC1-7): B29C44/00; C08J9/12; B29K69/00

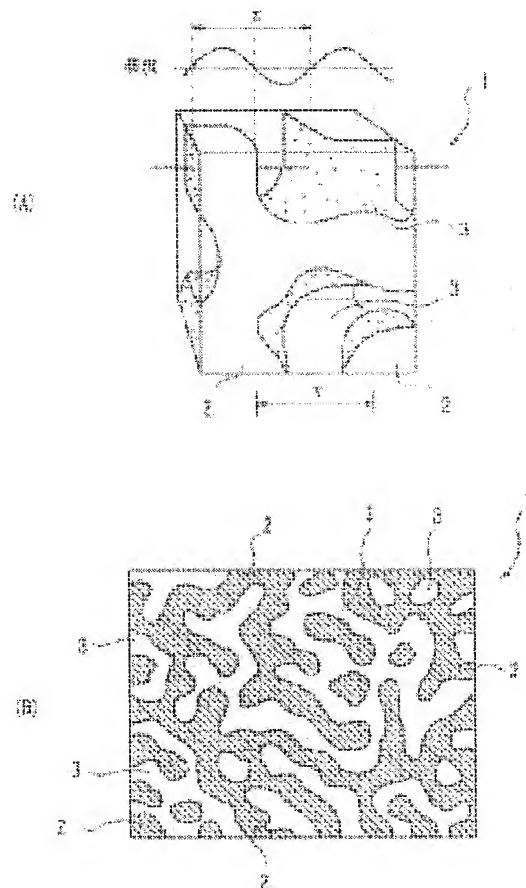
- **European:**

**Application number:** JP20000341068 20001108

**Priority number(s):** JP20000341068 20001108

## Abstract of JP 2002144363 (A)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a resin foam which can sufficiently achieve the function of an open-cell structure and is significantly friendly to environments as well as a manufacturing method therefor. **SOLUTION:** The resin foam is of such a periodic structure that a resin phase 2 and a cell phase 3 are continuously formed individually and mutually entangled. Thus it is possible to achieve the function of the open-cell structure intended for upgrading the impact resistance and the acoustic properties while keeping the rigidity possessed before foaming as it is.



Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特願2002-144363

(P2002-144363A)

(43)公開日 平成14年5月21日(2002.5.21)

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	フィード (参考)
B 2 9 C 44/00		C 0 8 J 9/12	C F D 4 F 0 7 4
C 0 8 J 9/12	C F D	B 2 9 K 68:00	4 F 2 1 2
// B 2 9 K 68:00		C 0 8 L 68:00	
C 0 8 L 68:00		B 2 9 C 67/22	

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 10 頁)

(21)出願番号	特願2000-341088(P2000-341088)	(71)出願人	000183657 出光石油化学株式会社
(22)出願日	平成12年11月8日(2000.11.8)	(72)発明者	斎藤 拓 東京都墨田区横綱一丁目6番1号 東京都小金井市中町2-24-16 東京農工大学内
		(72)発明者	成島 大介 東京都小金井市中町2-24-16 東京農工大学内
		(72)発明者	川東 宏至 千葉県市原市姉崎海岸1番地1 100079083
		(74)代理人	弁理士 木下 寛三 (外2名) 最終頁に続く

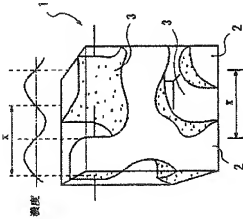
(54)【発明の名称】 樹脂発泡体及びその製造方法

(57)【要約】

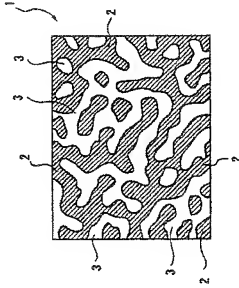
【課題】連結多孔構造の機能を充分に達成することができるとともに環境上優れた樹脂発泡体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】樹脂相2と気孔相3とが各々連続して形成され、かつ、互いに絡み合った周期構造を備える。発泡前の剛性を保ちつつ耐衝撃性、吸音性を向上させるとい

う連結多孔構造としての機能を達成することができる。



(a)



(b)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 樹脂相と気孔相とからなる樹脂発泡体であって、前記樹脂相と気孔相とが各々連続して形成されるときとに、互いに絡み合った周期構造を備えたことを特徴とする樹脂発泡体。

【請求項2】 請求項1に記載の樹脂発泡体において、前記周期構造は、1周期の長さが5nm以上100μm以下であることを特徴とする樹脂発泡体。

【請求項3】 請求項1又は2に記載の樹脂発泡体において、前記樹脂相は非晶性樹脂であって、前記樹脂相中に結晶構造を有することを特徴とする樹脂発泡体。

【請求項4】 請求項3に記載の樹脂発泡体において、前記結晶構造は、球晶結晶構造又は棒状結晶構造であることを特徴とする樹脂発泡体。

【請求項5】 請求項3又は4に記載の樹脂発泡体において、前記結晶構造は、偏光顕微鏡により観察されるマルチベクトロス像と散乱光による四葉型パターンとの少なくとも一方が観察される結晶構造であることを特徴とする樹脂発泡体。

【請求項6】 請求項3から5のいずれかに記載の樹脂発泡体であって、前記樹脂相がポリカーボネートから形成されていることを特徴とする樹脂発泡体。

【請求項7】 請求項1から6のいずれかに記載の樹脂発泡体を製造する方法であって、超臨界状態のガス雰囲気中に樹脂相を配置してガスを浸透させ、ガスを浸透した樹脂相に急冷と急減圧とを略同時に進行することを特徴とする樹脂発泡体の製造方法。

【請求項8】 請求項7に記載の樹脂発泡体の製造方法において、前記樹脂を、そのガラス転移温度より20℃低い温度以上のガス雰囲気中に配置し、その後、急冷及び急減圧すること、前記樹脂とガスとのスピンードル分解の初期過程を連結したことを特徴とする樹脂発泡体の製造方法。

【請求項9】 請求項8に記載の樹脂発泡体の製造方法において、前記樹脂は、0.5℃/sec以上の冷却速度で急冷することを特徴とする樹脂発泡体の製造方法。

【請求項10】 請求項8又は9に記載の樹脂発泡体の製造方法において、前記樹脂は、0.5MPa/sec以上の減圧速度で急減圧することを特徴とする樹脂発泡体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】 発明の属する技術分野】本発明は、樹脂相と気孔相とからなる樹脂発泡体及びその製造方法に関する。

【0002】 【背景技術】マトリックス相を形成する樹脂相と気孔相とからなる樹脂発泡体は、種々の分野で使用されており、このうち、ウィルス分離膜や人工肺等のフィルタや防音材として用いるためには、樹脂発泡体は、連結多孔構造であることが望ましい。従来では、樹脂発泡体の製

造方法の一つとしてマイクロセル発泡法が知られている。このマイクロセル発泡法は、高圧ガス中に樹脂相を置き、その後、ガスを急激に解放することで気泡の核を形成し、さらに、ガラス転移温度(T<sub>g</sub>)以上で加熱して気泡を成長させた後、冷却することで気泡を固定して樹脂発泡体を製造する。

【0003】 また、従来では、スピンードル分解により、連結多孔構造を有する多孔質体の製造方法がある。この製造方法は、2つの樹脂成分からなる非相溶系組成物を、一度、一相状態としておき、これを二層領域で相分解させ、さらに、一方の樹脂成分を溶媒で溶出除去させる方法で多孔質体を製造する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 マイクロセル発泡法の従来例は、核形成後に発泡セルが球状のまま成長することになるため、孤立した気泡が多数形成されることがある。そのため、複数の孔部が連結された連結多孔構造を得ることが困難である。そのため、マイクロセル発泡法で製造された樹脂発泡体では、連結多孔構造が有する本来の機能を達成することができず、そのため、例えば、ウィルス分離膜や人工肺等といったフィルタに利用することができない。

【0005】 また、スピンードル分解により、多孔質体を製造する従来例では、有機溶媒等の溶媒を使用するため、環境上、好ましくない。その上、この製造方法で製造された多孔質体は、樹脂成分を溶媒で溶出除去させて孔を形成するため、その孔を大きくすると、いわゆる「す」の状態となり、弾性力が低くなる等、連結多孔構造の機能を低下させることになる。

【0006】 本発明の目的は、連結多孔構造の機能を充分に達成することができるとともに環境上優れた樹脂発泡体及びその製造方法を提供することにある。

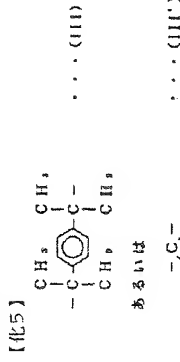
【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、樹脂相と気孔相とが各々連続して形成されるときとに、互いに絡み合った樹脂発泡体の周期構造を所定の範囲とすることで、前記目的を効果的に達成しうることを見出し、本発明を完成したものである。即ち、本発明の樹脂発泡体は、樹脂相と気孔相とからなる樹脂発泡体であって、前記樹脂相と気孔相とが各々連続して形成されるときとに、互いに絡み合った周期構造を備えたことを特徴とする。

【0008】 本発明では、樹脂相 (マトリックス相) と気孔相とが各々連続して形成され、かつ、これらが互いに絡み合った周期構造を有する樹脂発泡体であるため、孤立した気泡が形成される従来のマイクロセル発泡法とは異なり、連続形成された気孔相によって連結多孔構造としての機能、例えば、発泡前の剛性を保ちつつ耐衝撃性、吸音性を向上させるといいう機能を充分に達成することができ、そのため、フィルタ等の用途にも利用する



ン原子（例えば、塩素、臭素、フッ素、炭素）又は炭素数1～8のアルキル基（例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、アミル基、イソアミル基、ヘキシル基など）であり、このXが複数の場合、それらは同一であってもよいし、異なっていてよく、a及びbは、それぞれ1～4の整数である。そして、Yは、単結合、炭素数1～8のアルキレン基又は炭素数2～8のアルキリデン基（例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ペンテリレン基、ヘキシル基、エチリデン基、イソプロピリデン基など）、炭素数5～15のシクロアルキレン基又は炭素数5～15のシクロアルキリデン基（例えば、シクロペンチレン基、シクロヘキシル基、シクロヘキシルリデン基、シクロヘキシルリデン基、シクロヘキシルリデン基など）、又は-S-、-SO-、-SO<sub>2</sub>-、-O-、-CO-結合もしくは式(II)にあるいは(III')  
【0022】  
【化5】  
$$\begin{array}{c} \text{CH}_3, \text{C}_6\text{H}_5, \\ | \\ -\text{C}-\text{C}- \\ | \quad | \\ \text{CH}_3, \text{C}_6\text{H}_5, \end{array} \quad \dots \quad (III)$$



【0023】で表される結合を示す。）で表される構造単位を有する重合体である。このうち、Xは水素原子が好ましく、また、Yはエチレン基、プロピレン基が好ましい。このポリカーボネートは、一般式(IV)  
【0024】  
【化6】  
$$\begin{array}{c} \text{X}, \text{X}, \\ | \quad | \\ \text{HO}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Y}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OH} \end{array} \quad \dots \quad (IV)$$

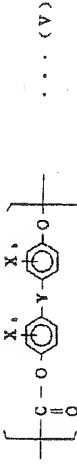
【0025】(式中、X、Y、a及びbは、前記と同じである。)で表される二価フェノールとホスゲン又は炭酸ジエステル化合物とを反応させることによって容易に製造することができるものである。すなわち、例えば、塩化メチレンなどの溶媒中において、公知の酸受容体や分子量調節剤の存在下、二価フェノールとホスゲンのようなカーボネート前駆体の反応により、あるいは二価フェノールとジフェニルカーボネートのようなカーボネート前駆体とのエステル交換反応などによって製造される。

【0026】ここで、前記一般式(IV)で表わされる二価フェノールとしては、様々なものがある。例えば、ビス(4-ヒドロキシフェニル)メタン；ビス(4-ヒドロキシフェニル)フェニルメタン；ビス(4-ヒドロキシフェニル)ナフチルメタン；ビス(4-ヒドロキシ

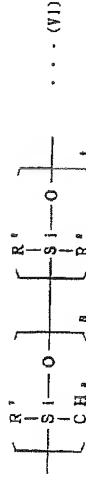
フェニル)-(4-イソプロピルフェニル)メタン；ビス(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)メタン；ビス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)メタン；1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン；1-ナフチル-1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン；1-フェニル-1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン；1-エチル-1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン；2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン；2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(通称：ビスフェノールA)；2-メチル-1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；1-エチル-1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3,5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3,5-ジプロモ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン；2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘキサン；4,4-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ヘプタン；2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ノナン；1,10-ビス(4-ヒドロキシフェニル)デカン；1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン；2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)-1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロプロパンなどのジヒドロキシアリールアルカン類、1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン；1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン；1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロデカンなどのジヒドロキシアリールシロアルカン類、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン；ビス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)スルホン；ビス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル)スルホンなどのジヒドロキシアリールスルホン類、ビス(4-ヒドロキシフェニル)エーテル；ビス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)エーテルなどのジヒドロキシアリールエーテル類、4,4'-ジヒドロキシベンゾフェノン；3,3',5,5'-テトラメチル-4,4'-ジヒドロキシベンゾフェノンなどのジヒドロキシアリールケトン類、ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルフィド；ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)スルフィド；ビス(3,5-ジメチル-4-ヒドロキシフェニル)スルフィドなどのジヒドロキシアリールスルフィド類、ビス

(4-ヒドロキシフェニル)スルホキシドなどのジヒドロキシアリールスルホキシド類、4,4'-ジヒドロキシジフェニルなどのジヒドロキシジフェニル類、9,9-ビス(4-ヒドロキシフェニル)フルオレンなどのジヒドロキシアリールフルオレン類などが挙げられる。これらの中では、2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(通称：ビスフェノールA)が好適である。

【0027】前記一般式(IV)で表される二価フェノール類以外としては、ヒドロキノ、レゾリノール、メチルヒドロキノなどのジヒドロキシベンゼン類、1,5-ジヒドロキシナフテン；2,6-ジヒドロキシナフテンなどのジヒドロキシナフテン類が挙げられる。これらの二価フェノールは、それぞれ単独で用いてもよく、2種以上を組合わせて用いてもよい。また、炭酸ジエステル化合物としては、ジフェニルカーボネート、ジアリールカーボネートやジメチルカーボネート、ジエチルカーボネート等のジアルキルカーボネートが好



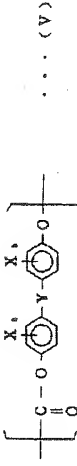
【0030】(式中、X、Y、a及びbは、前記と同じである。)で表される構造の繰返し単位を有するポリカーボネート部と、一般式(VI)



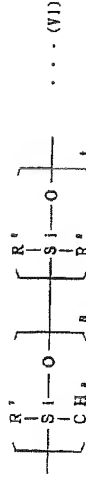
【0032】(式中、R<sup>7</sup>、R<sup>8</sup>及びR<sup>9</sup>は、それぞれ水素原子、炭素数1～6のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、アミル基、イソアミル基、ヘキシル基など)又はフェニル基であり、それぞれ同じであっても異なるものでもあってもよい。また、s及びtは、それぞれ0又は1以上の整数である。)で表される構造の繰返し単位を有するポリオルガノシロキサン部となるポリカーボネート-ポリオルガノシロキサン共重合体を用いてもよい。このポリオルガノシロキサン部の重合度は5以上が好ましい。

【0033】ここで、本発明では、前記樹脂は非晶性樹脂であって、前記樹脂中に結晶構造を有するものが好ましく、さらに、この結晶構造は、球晶結晶構造又は棒状結晶構造であることが好ましい。さらに、前記結晶構造は、偏光顕微鏡によるマルティプレックス像と光散乱による四葉型パターンとの少なくとも一方が観察される結晶構造である構成が好ましい。本発明では、非晶性樹脂、例えば、非晶性ポリカーボネートを材料として用いた場合でも、樹脂発泡体が光学異方性の結晶構造を有することになるので、結晶構造の樹脂が持つ効果、例え

げられる。  
【0028】そして、分子重量調節剤としては、通常、ポリカーボネートの重合に用いられるものでよく、各種のものを用いることができる。具体的には、一価フェノールとして、例えば、フェノール、p-クレゾール、p-tret-オクチルフェノール、p-クミルフェノール、プロモフェノール、トリプロフェノール、ノニルフェノールなどが挙げられる。更に、本発明で用いる芳香族ポリカーボネートは、2種以上の芳香族ポリカーボネートの混合物であってもよい。そして、該芳香族ポリカーボネートは、機械的強度及び成形性の点から、その粘度平均分子量が10,000～100,000のものが好ましく、特に、20,000～40,000のものが好適である。また、場合によっては、ポリカーボネートとしては、一般式(V)  
【0029】  
【化7】



【0031】  
【化8】



ば、剛性が大きい等の効果を奏することができる。  
【0034】本発明の樹脂発泡体の製造方法は、前記構成の樹脂発泡体を製造する方法であって、超臨界状態のガス雰囲気中に樹脂を配置してガスを浸透させ、ガスを透過した樹脂に急冷と急減圧とを略同時にを行うことを特徴とする。超臨界状態は、気体状態と液体状態との中間の性質を示す状態である。ガスの種類で定まった温度及び圧力(臨界点)以上になると超臨界状態となり、樹脂内部への浸透力も液体状態に比べて強くなり、かつ、均一である。ガスが抜け残った後には気相が形成されることになり、この気相と樹脂相とが各々連続相を形成し、かつ、これらが絡み合った状態となる。この状態は樹脂を急冷・急減圧することによって保持される。従って、本発明では、浸透工程及び急冷・急減圧工程を経ること、スビノール分解が発生し、前記構成の樹脂発泡体を製造することができる。しかも、樹脂発泡体を製造するにあたり、有機溶媒等の溶媒を使用しないため、環境を悪化させることがない。

【0035】本発明では、ガスは、超臨界状態の際に樹脂に浸透するものであれば、その種類は問わない。例えば、ガスとして、二酸化炭素、窒素、空気、酸素、水

素、ヘリウム等の不活性ガスを例示することができるが、中でも、二酸化炭素、窒素が好ましい。さらに、ガスにより、使用する樹脂と親和性のある樹脂とを選択した方がよい。

【00036】ここで、樹脂発泡体の製造方法の発明において、前記樹脂を、そのガラス転移温度より20℃低い温度以上でのガス雰囲気中に配置し、その後、急冷及び急減圧すること、前記樹脂とガスとのスピノーダル分解の初期過程を凍結した構成が好ましい。この構成では、スピノーダル分解の初期過程を凍結すること、微細な空隙が連続的につながるので、品質のよい樹脂発泡体を得ることができる。

【00037】ガスを樹脂に浸透させる方法はバッチ式、射出・押出方法等、種々のものがある。樹脂にガスを浸透させる条件は、ガスの臨界条件を保つ限りにおいて特に制限はないが、本発明では、使用するガスの臨界値より、より高温高圧であることが好ましい。これにより、発泡倍率が高い樹脂発泡体が得られるとともに、ガスが均一に樹脂内に浸透することになり、ガスと樹脂とが均一に相溶する。そのため、品質の良い樹脂発泡体を得ることができる。具体的には、非晶性樹脂の場合にあっては、ガス雰囲気中の温度を、ガラス転移温度T<sub>g</sub>の近傍以上、より具体的には、ガラス転移温度T<sub>g</sub>より20℃低い温度以上とすること、樹脂とガスとが均一に相溶しやすくなる。この温度の上限値は、樹脂材料に影響を与えない範囲で自由に設定することができるが、ガラス転移温度T<sub>g</sub>より250℃を超えない範囲が好ましい。この温度を超えると、樹脂発泡体の周期構造が大きくなり、多孔連結構造として充分に機能しないばかりか、樹脂発泡体が熱で劣化することになる。また、結晶性樹脂によって射出・押出成形時に押出機内で樹脂にガスを浸透する射出・押出方法にあっては、ガス雰囲気中の温度を、融点(T<sub>m</sub>)以上融点より50°高い温度(T<sub>m</sub>+50℃)以下とする。結晶性樹脂であってオートクレーブ内に充填されたガスを浸透するバッチ式にあっては、ガス雰囲気中の温度を、結晶化温度(T<sub>c</sub>)より20℃低い温度(T<sub>c</sub>-20℃)以上結晶化温度(T<sub>c</sub>)より50℃高い温度(T<sub>c</sub>+50℃)以下とする。さらに、ガスを樹脂に浸透させる場合のガス圧は15MPa以上、好ましくは、20MPa以上である。ここで、非晶性樹脂には、結晶性樹脂であっても無配向状態であった実質的に非晶性のものが含まれる。

【00038】ガスを浸透させる量は目的とする発泡倍率に応じて決定されるが、本発明では、通常、樹脂重量の0.1~20重量%、好ましくは、1~10重量%である。ガスを浸透させる時間や特に制限がなく、浸透方法や樹脂の厚みにより適宜選択できる。このガスの浸透量が多ければ、周期構造が大きくなり、少なければ、周期構造が小さくなるという相関関係がある。バッチ式で浸透させる場合には、10分~2日が通常であり、好ましくは、30

分~3時間である。また、射出・押出方法の場合には、浸透効率が高くなるため、20秒~10分より。

【00039】さらに、樹脂発泡体の製造方法の発明において、前記樹脂の冷却速度は、その下限値が0.5℃/sec以上、好ましくは、5℃/sec以上、さらに好ましくは、10℃/secである。これに対して、樹脂の冷却速度の上限値は樹脂発泡体の製造方法によって異なるが、バッチ式では50℃/secであり、射出・押出方法では1000℃/secである。この冷却工程により、非晶性樹脂の場合では、少なくともT<sub>g</sub>まで冷却し、結晶性樹脂の場合では、少なくともT<sub>c</sub>まで冷却する。冷却速度が0.5℃/sec未満であると、気孔相が独立気泡を有する球状に形成されることになり、連結多孔構造の機能と達成することができない。冷却速度が前記上限値を超えると、冷却装置の設備が大掛かりなものになり、樹脂発泡体の製造コストが高くなる。

【00040】さらに、前記樹脂の減圧速度は、0.5MPa/sec以上が好ましく、15MPa/sec以上がより好ましく、特に、20MPa/sec以上が好ましく、かつ、50MPa/sec以下が好ましい。減圧されて最終的に50MPa以下になった場合には、連結多孔構造が凍結維持される。減圧速度が0.5MPa/sec未満であると、気孔相が独立気泡を有する球状に形成されることができない。減圧速度が50MPa/secを超えると、冷却装置の設備が大掛かりなものになり、樹脂発泡体の製造コストが高くなる。例えば、120℃以上、20MPa以上の高温高压雰囲気中で、1~3時間浸透させる。減圧と急冷とは略同時に進行。略同時とは、本願発明の目的を達成する範囲での誤差を許容する意味である。ただし、ガスが浸透した樹脂の急冷を先行させて急減圧を後で行う場合は問題がないが、冷却しないで急減圧のみを行うと、樹脂に球状の独立気泡が形成されることになる。

【00041】  
【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態を図面に基いて説明する。図1には、本実施形態にかかる樹脂発泡体1が示されている。図1(A)は、樹脂発泡体1の要部を拡大した概略斜視図であり、図1(B)は、樹脂発泡体1の二次元の模式図である。図1(B)において、樹脂発泡体1は、マトリックス相と称される樹脂相2と、気孔相3とからなる。これらの樹脂相2と気孔相3とが各々連続して形成されるとともに、互いに絡み合った周期構造を備える。この周期構造は、変調構造と称されるもので、樹脂相2と気孔相3との濃度ゆらぎが周期的に変化するものである。このゆらぎの1周期の長さXが周期構造の1周期の長さsで表わされ、本実施形態では、1周期の長さXは5nm以上100μm以下であるが、好ましくは、10nm以上50μm以下である。

【00042】次に、本実施形態の樹脂発泡体1の製造方法を図2に基づいて説明する。図2(A)は浸透工程を行うための装置を示し、図2(B)は急冷・急減圧工程を行うための装置を示す。図2(A)において、所定の樹脂1Aはオートクレープ10の内部に配置される。このオートクレープ10は、樹脂1Aを加熱するためのオイルバス11に浸されており、その内部には樹脂1Aに浸透させるガスがボンパ12によって供給される。本実施形態では、樹脂1Aを、そのガラス転移温度より20℃低い温度以上の温度で加熱する。これにより、樹脂1Aは超臨界状態のガス雰囲気中に配置されることとなる。

【00043】図2(B)において、ガスが浸透された樹脂1Aはオートクレープ10ごとアイスバス20に配置される。このアイスバス20は、その内部にドライアイスが充填された構造であり、オートクレープ10を冷却すること、樹脂1Aを冷却する。また、オートクレープ10には圧力調整装置21が接続されており、オートクレープ10から排出されるガスの量を調整すること、オートクレープ10の内部圧力が調整される。なお、本実施形態では、アイスバスに代えてアイスボックスを用いてよい。

【00044】本実施形態では、ガスが浸透した樹脂1Aに急冷と急減圧と略同時に行うことで、樹脂1Aとガスとのスピノーダル分解の初期過程を凍結する。樹脂1Aの冷却速度は、0.5℃/sec以上、好ましくは、5℃/sec以上、さらに好ましくは、10℃/secである。これに対して、樹脂1Aの冷却速度の上限値は50℃/secである。樹脂1Aの減圧速度は、0.5MPa/sec以上、好ましくは、15MPa/sec以上、より好ましくは20MPa/sec以上であって、50MPa/sec以下である。なお、本実施形態では、大気圧に樹脂1Aを露すること減圧することにより、

【00045】従って、本実施形態の樹脂発泡体1は、樹脂相2と気孔相3とからなり、樹脂相2と気孔相3とが各々連続して形成され、かつ、互いに絡み合った周期構造を備えたから、独立した気泡が形成される従来のマイクロセル発泡法とは異なり、発泡前の剛性を保ちつつ耐衝撃性、吸音性、断熱性、高誘電性、高反射性を向上させるという連結多孔構造としての機能を達成することができる。しかも、周期構造の1周期の長さが5nm以上100μm以下としたので、樹脂発泡体1が「す」の状態となることなく、連結多孔構造としての機能を充分に維持することができる。

【00046】本実施形態にかかる樹脂発泡体の製造方法は、超臨界状態のガス雰囲気中に樹脂1Aを配置してガスを浸透させ、ガスが浸透した樹脂1Aに急冷と急減圧とを略同時に行ったから、浸透工程及び急冷・急減圧工程の一連の工程を経ることによって樹脂内に移生成が發生せず、スピノーダル分解が発生することで品質良好な樹脂

発泡体1を製造することができる。しかも、樹脂発泡体1を製造するにあたり、有機溶媒等の溶媒を使用しないため、環境を悪化させることがない。しかも、樹脂1Aを、そのガラス転移温度より20℃低い温度以上のガス雰囲気中に配置し、その後、樹脂1Aを急冷及び急減圧すること、樹脂とガスとのスピノーダル分解の初期過程を凍結したから、微細な空隙が連続的につながることになり、品質のよい樹脂発泡体1を得ることができる。【00047】さらに、樹脂1Aの冷却速度を、0.5℃/sec以上50℃/sec以下としたから、気孔相3が独立気泡を有する球状となることがないとともに、冷却装置の設備が大掛かりなものになることがない。また、前記樹脂の減圧速度を、0.5MPa/sec以上50MPa/sec以下としたので、この点からも、気孔相3が独立気泡を有する球状となることがないとともに、冷却装置の設備が大掛かりなものになることがない。

【00048】

【実施例】次に、本実施形態の効果を確認するために、実施例を説明する。なお、本発明は、これらの実施例によって限定されるものではない。

【実施例1】実施例1では、樹脂1Aとしてポリカーボネート(出光石油化学株式会社製光ディスク用PC[M D1500];粘度平均分子量14200)を使用した。この材料を溶融後プレスして0.1mm厚みのフィルムとした。この樹脂1Aをオートクレープ10の内部に配置し、このオートクレープ10の内部に二酸化炭素を導入するとともに圧力15MPa及び温度140℃になるまで昇温昇圧して超臨界状態とした。

【00049】このガス雰囲気下で樹脂1Aを2時間放置した後、ドライアイス入りのアイスボックスに10秒間入れて急速に冷却して樹脂発泡体1を得た。この場合の冷却速度は10℃/secであり、減圧速度は13MPa/secである。この樹脂発泡体1をSEM(走査電子顕微鏡)で観察したところ、非常に微細な連結多孔構造が認められた。さらに、樹脂発泡体1を光学顕微鏡で撮影したところ、図3(A)に示される画像が得られた。この画像によれば、従来のマイクロセル発泡法で得られる球状の空隙は観察された。この周期構造の1周期の長さを測定したところ、約5μmであった。

【00050】【実施例2】実施例2では、実施例1と同じ樹脂を使用した。オートクレープ10の内部を圧力25MPa及び温度140℃になるまで昇温昇圧した以外は、実施例1と同じ条件で樹脂発泡体1を得た。この場合の冷却速度は10℃/secであり、減圧速度は20MPa/secである。この樹脂発泡体1を光学顕微鏡で撮影したところ、図3(B)に示される画像が得られた。この画像によれば、実施例1と同様に、周期構造をなす細長いひも状の空隙は観察された。この周期構造の1周期の長さsを測定したところ、約3μmであった。

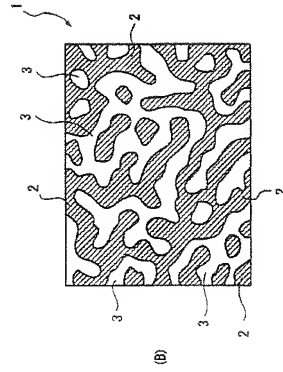
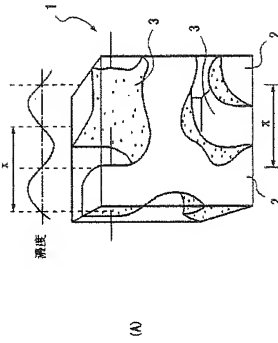
【0051】〔実施例3〕実施例3では、実施例1と同じ樹脂を使用した。オートクレーブ10の内部を圧力45MPa及び温度140℃になるまで昇温昇圧した以外は、実施例1と同じ条件で樹脂発泡体1を得た。この場合の冷却速度は10℃/secであり、減圧速度は30MPa/secである。この樹脂発泡体1を光学顕微鏡で撮影したところ、図3(C)に示される画像が得られた。この画像によれば、実施例1と同様に、周期構造をなす細長いひも状の空隙が観察された。この周期構造の1周期の長さを測定したところ、約20μmであった。

【0052】以上の実施例1〜3で製造された樹脂発泡体1を光学顕微鏡で撮影したところ、図4に示される画像が得られた。この画像によれば、マルチベンクロス像が観察される。また、別途、光散乱においても四葉型パターンが観察された。これは、樹脂発泡体1が連結多孔構造であって、光学異方性の結晶構造を有することによる。

【0053】なお、前記実施形態では、周期構造の1周期の長さを5nm以上100μm以下としたが、本発明では、1周期の長さはこれに限定されるものではない。

【0054】

【図1】



【発明の効果】本発明では、連結多孔構造の機能を十分に達成することができるように環境上優れるという効果を奏することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施形態にかかる樹脂発泡体を示すもので、(A)は樹脂発泡体の要部を拡大した概略斜視図であり、(B)は樹脂発泡体の二次元の模式図である。

【図2】本発明の一実施形態にかかる樹脂発泡体の製造方法を実施するための装置を示すもので、(A)はガスの浸透工程を実施するための装置概略図、(B)は急冷工程を実施するための装置概略図である。

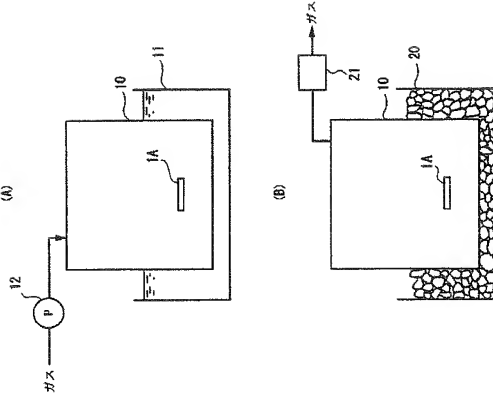
【図3】実施例の樹脂発泡体を光学顕微鏡で撮影した画像である。

【図4】実施例の樹脂発泡体を光学顕微鏡で撮影した画像である。

【符号の説明】

- 1 樹脂発泡体
- 2 樹脂相
- 3 気孔相

【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 金井 俊孝

千葉県市原市姉崎海岸1番地1

Fターム(参考) 4H074 BA32 CA24 CC03X CC04X  
CC05Y CC32X CC32Y CC34X  
CC34Y CC36X CC36Y CC45  
CC46 DA13 DA14 DA43 DA57  
4F212 AA28 AE06 AE07 AG20 UA09  
UB01 UC04 UN30 UN11